

# MAGNETIC RECORDING MEDIUM PROVIDED WITH LUBRICATING FILM HAVING SELF-RESTORATION FUNCTION AND MAGNETIC RECORDER USING THE SAME

Patent Number: JP8203066  
Publication date: 1996-08-09  
Inventor(s): SHOJI SABURO;; IMAZEKI SHUJI;; ITO YUTAKA;; NAKAKAWAJI TAKAYUKI;; MOROOKA HISAYUKI;; MURAKAMI YUKO;; SASAKI HIROSHI;; HAMADA TOMOYUKI;; ISHIHARA HEIGO;; HAMAGUCHI TETSUYA  
Applicant(s): HITACHI LTD  
Requested Patent: JP8203066  
Application Number: JP19950007908 19950123  
Priority Number(s):  
IPC Classification: G11B5/71  
EC Classification:  
Equivalents:

## Abstract

**PURPOSE:** To improve the sliding durability of a magnetic recording medium by inducing an endothermic effect to cool a sliding surface and repeating detaching and adhesion at the time when the lubricating film formed on the front surface of the magnetic recording medium is attracted on the medium surface.

**CONSTITUTION:** The lubricant 11 combined with 'DEMNUM SH (R)' which is a terminal carboxylic acid type poloxyalkyl type lubricant is formed on an adhesion accelerating layer 9 formed by fixing a p-aminophenyl trimethoxysilane by reaction onto a substrate. The lubricant is detached 13 from the adhesion acceleration layer by absorbing sliding heat in a sliding part 12 when a head 10 slides thereon at a high speed. The sliding part is cooled by release of the heat therefrom, thereby, the lubricant bonds 14 again to the adhesion accelerating layer.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-203066

(43) 公開日 平成8年(1996)8月9日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

G 1 1 B 5/71

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平7-7908

(22) 出願日 平成7年(1995)1月23日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 庄司 三良

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

(72) 発明者 今関 周治

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

(72) 発明者 伊藤 豊

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

(74) 代理人 弁理士 小川 勝男

最終頁に続く

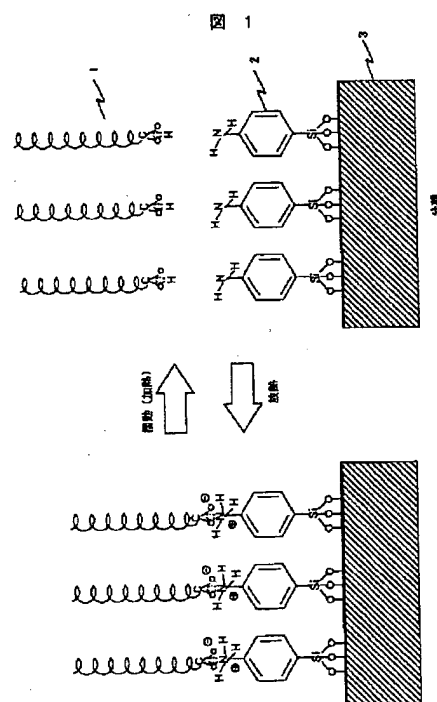
(54) 【発明の名称】 自己修復機能を有する潤滑膜を設けた磁気記録媒体、及びそれを用いた磁気記録装置

(57) 【要約】

【目的】 自己修復機能を有する潤滑膜を備えることにより摺動信頼性に優れた磁気記録媒体及び磁気記録装置を提供する。

【構成】 磁気記録媒体表面上に接着促進層を形成し、磁気記録媒体表面に固定する。次に該接着促進層と潤滑剤とを熱作用によって可逆的に吸着脱着できる塩又は錯体を形成することにより結合させる。

【効果】 摺動信頼性の高い磁気記録媒体及び磁気記録装置が実現できる。



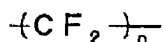
1

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】非磁性基体上に磁性媒体が形成され、該磁性媒体上に保護層を形成した磁気記録媒体において、該保護層上に接着促進層を形成し、該接着促進層上に形成したフッ素化合物が接着促進層と塩、又は錯体を形成することによって結合し、該塩、又は錯体が磁気ヘッドとの摺動による発熱を吸収することで分離し、放熱することで塩、又は錯体を再形成し両者が吸着することを特徴とする磁気記録媒体。

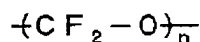
【請求項 2】非磁性基体上に磁性媒体が形成され、磁性媒体上に保護層を形成した磁気記録媒体において、該保護層上に接着促進層を形成し、該接着促進層は末端カルボン酸型の含フッ素系アルキル鎖又はポリオキシアルキル鎖とカルボン酸塩又は錯体を形成できる薄膜であり、熱作用によって末端カルボン酸型の含フッ素系アルキル鎖又はポリオキシアルキル鎖と吸着及び脱着を可逆的に繰り返すことができることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 3】非磁性基体上に磁性媒体が形成され、磁性媒体上に保護層を形成した磁気記録媒体において、該保護層上に外表面をアミノ基が配向するようにした接着促進層を形成し、該接着促進層上に、熱作用によって該接着促進層と吸着及び脱着を繰り返すことができる末端力\*

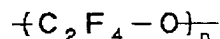


(式中、n は 1~12 の整数)

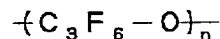
【請求項 7】請求項 2 から 4 のいずれかに記載の磁気記録媒体において、前記末端カルボン酸型の含フッ素系ポリオキシアルキル鎖は、式 2、式 3、式 4 のいずれかの※



【化 3】

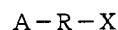


【化 4】



(式中、n は 5~60 の整数で、それぞれの構造で異なった値を持って良い)

【請求項 8】請求項 4 において前記接着促進層は下記一般式



(式中、A は芳香族アミン又はアミン含有複素環化合物、X は保護膜と相互作用を持つ官能基、R はアミン化合物 A と官能基 X をつなぐ結合基) を持つことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 9】請求項 4 において前記接着促進層は環状アザヌレン系誘導体から成ることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 10】回転駆動機構に装着された磁気記録媒体と、該磁気記録媒体に情報を記録及び再生する磁気ヘッ

2

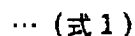
\*ルボン酸型の含フッ素系アルキル鎖又はポリオキシアルキル鎖を成膜したことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 4】請求項 3 において、前記接着促進層と結合した末端カルボン酸型の含フッ素系アルキル鎖又はポリオキシアルキル鎖のカルボン酸の隣にある第 1 位の炭素に結合したフッ素の核磁気共鳴スペクトルが、未結合のときの化学シフトに比べ、室温で 2.0 ppm 以内及び 150℃で 1.0 ppm 以内の低磁場側シフトであることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 5】回転駆動機構に装着された磁気記録媒体と、該磁気記録媒体に情報を記録及び再生する磁気ヘッドと、ヘッドアクセス機構を備え、磁気記録媒体とヘッドの幾何学的平均面の最小間隔が空気平均自由行程以下の磁気記録装置において、請求項 1 から 4 までのいずれかに記載の磁気記録媒体を用いることを特徴とする磁気記録装置。

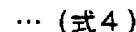
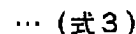
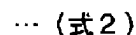
【請求項 6】請求項 2 から 4 のいずれかに記載の磁気記録媒体において、前記末端カルボン酸型の含フッ素系アルキル鎖は (式 1) の構造を含有することを特徴とする磁気記録媒体。

【化 1】



※構造のポリオキシアルキレン鎖単独、又は混合系の末端にフッ素が結合した構造であることを特徴とする磁気記録媒体。

【化 2】



ドと、ヘッドアクセス機構を備え、磁気記録媒体とヘッドの幾何学的平均面の最小間隔が空気平均自由行程以下の磁気記録装置において、請求項 7 から 9 までのいずれかに記載の磁気記録媒体を用いることを特徴とする磁気記録装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、情報を記録する磁気記録媒体と、該磁気記録媒体に情報を記録および再生する磁気ヘッドとを有する磁気記録装置に関し、特に磁気ヘッドと磁気記録媒体のそれぞれの表面の幾何学的平均面の最小間隔が空気分子の平均自由行程以下の小型磁気記録装置に関する。

【0002】

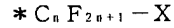
【従来の技術】磁気記録媒体表面の潤滑性表面処理には、磁気記録媒体の表面を覆っている材料の種類によって多くの方法が考えられているが、一般には低表面エネルギーでしかも高度に化学的不活性であるフッ素系の界面活性剤あるいは潤滑剤を磁気記録媒体表面に塗布する方法が良く用いられている。ここで言うフッ素系界面活性剤及び潤滑剤は、例えば特開昭61-42727号公報、特開昭58-29147号公報、特開平2-145550号公報に開示されている下記一般式で代表されるパーフルオロアルキル型化合物



【0004】(n=3~50, mは自然数)

上記一般式で表した2つの式中、Xは極性基で種々のタイプがあり、例えば特開昭61-42727号公報、特開昭58-29147号公報、特開平2-145550号公報には、 $-SO_2Me$  (MeはK又はNa)、 $-SO_2Fe$ 、 $-COOH$ 、 $-SO_2H$ 、 $-OH$ 等がある。また、特開昭61-10368号公報、特開昭60-34924号公報、特開昭61-4727号公報、特開昭61-155345号公報にはヘテロ環あるいはアミド、エステル基、又は特開昭63-225918号公報、特開昭64-56688号公報には表面と反応し固着するアルコキシシラン基等がある。前記潤滑剤は基板表面に吸着するタイプあるいは反応固着するタイプである。

【0005】一方、磁気記録媒体は、大容量の情報記憶再生装置等、多くの分野に適用されており、特に高記録密度を必要とする磁気記録媒体には磁気記録密度の高い薄膜磁性媒体型が適用されている。磁気記録装置の中で特に高記録密度と高速データ取り込みを必要とする磁気ディスク装置では、記憶容量の増大により、ヘッドとディスクとの間隔が狭くなり接触摺動する確率が高くなる等、薄膜磁性媒体型では必然的に摺動条件を苛酷にする方法にあり、摺動耐久性の向上は不可欠の要素である。近年ではヘッドとディスクとの間隔が100nmが実用にあるが、記録密度を上げるにはさらに間隔が狭くなることが必要となっている。具体的には空気分子の平均自由行程以下の70nm以下を目標としているが、流体力学上、安定なヘッド浮上は望めず、この領域では断続的な摺動状態に突入する。一方、この様にヘッド浮上量が



(n=3~12)

あるいは、米国特許3490946号、米国特許3778308号、特開昭61-10368号公報、特開昭60-34924号公報、特開昭61-4727号公報、特開昭61-155345号公報、特開昭63-225918号公報、特開昭64-56688号公報等に開示されている下記一般式で代表されるパーフルオロポリオキシアルキル型化合物がある。

【0003】

【化5】

… (式5)

心力で潤滑剤がディスクからスピノフされる欠点があり、潤滑膜が薄くなり効果的な機能を果たせなくなる。しかし、特開平2-130789号公報、特開平3-119580号公報に開示されているように潤滑剤の供給を絶えず行うシステム系では上記問題は回避できる。

【0006】他方、煩雑な潤滑供給システムを持たず、ヘッド浮上量が空気の平均自由行程以下の場合に対応できる潤滑システムは、これまで考案されていない。単分子膜に近い潤滑膜で、この様な厳しい摺動条件で優れた潤滑効果を発揮するには、磁気ディスク表面へ潤滑剤を化学的に固定する必要がある。しかし、ヘッドとディスクの衝突によって一旦磁気ディスク表面から脱離すると磁気ディスク表面の潤滑性は失われる。そのため、摺動面から脱離した潤滑剤が再度摺動面に復帰できるような自己修復性のある潤滑剤が要望されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】磁気記録装置においては、高記録密度化のためヘッド浮上量の低下が課題であり、空気分子の平均自由行程より小さい領域では流体力学上、ヘッドを安定に浮上させることはできない。本願は空気分子の平均自由行程より小さい領域で摺動するヘッドと媒体間で使用する潤滑膜に関するものであり、従来例で示した液体浮上方式を採用した煩雑な湿式ディスクドライブシステムを用いない新しい潤滑システムに関する。

【0008】この様な厳しい摺動条件で優れた潤滑効果を発揮できる潤滑膜は、磁気ディスク表面へ強固に吸着し、摺動によって剥ぎ取られることのないことが必要である。又は一旦剥ぎ取られた潤滑剤が自己修復機能を持っていることが必要である。本発明は、磁気記録装置技術における上述のような状況に鑑みてなされたものであり、磁気ヘッドと磁気記録媒体のそれぞれの表面の幾何学的平均面の最小間隔が50~70nm以下の磁気記録装置において、磁気記録媒体表面に構築した潤滑膜が強固に表面に吸着し、さらにヘッドとの摺動によって一旦剥ぎ取られた潤滑剤が摺動面に再び吸着する自己修復機能を持つ潤滑膜を提供することにある。これによって、

摺動信頼性に優れた磁気記録媒体を備えた安価で高信頼、高記録密度の磁気記録装置を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、磁気記録媒体表面に形成される新規な潤滑膜により上記目的を達成するものである。すなわち、本発明は、情報を記録する磁気記録媒体と、該磁気記録媒体に情報を記録および再生する磁気ヘッドとを有する磁気記録装置で、該磁気ヘッドと該磁気記録媒体のそれぞれの表面の幾何学的平均面の最小間隔が空気分子の平均自由行程以下の70nm以下の磁気記録装置において、該磁気記録媒体表面に形成される潤滑膜が自己修復機能を持ち、かつ強固に媒体表面に吸着し、さらに摺動によって脱着する際、摺動面を冷却する吸熱作用を起すことにより、従来例で示した吸着型及び反応型潤滑剤の場合に比べて磁気ヘッド・磁気記録媒体間の摩擦係数の低減及びヘッドと媒体の摺動耐久性の向上が図られることを特徴とする磁気記録装置である。

【0010】磁気記録媒体表面上に自己修復可能な潤滑膜を構築する手段は、潤滑剤と媒体の中間に接着促進層を介在させ、まず接着促進層を媒体表面に固定し、その後、接着促進層と潤滑剤を結合させる。この時接着促進層と潤滑剤の結合は、塩又は錯体を形成することが望ましいが、熱作用によって可逆的に吸脱着を繰り返すことができる結合であればどんな結合でも良い。接着促進層と潤滑剤の理想的な結合は、それぞれ分解することなく吸脱着を繰り返すことができることである。

【0011】接着促進層と磁気記録媒体表面に固定する方法は、化学的に固定しても良く物理的に固定しても良いが接着促進層と潤滑剤の結合力より大きいことが要求される。例えば、シランカップリング処理等の化学結合が望ましい。また、接着促進層の表面に潤滑剤との反応点を密度濃く存在させるためラングミュアー・プロジェクト膜を使用しても良く、単に、浸漬塗布、又はスピン塗布する事でも可能である。さらに、接着促進層が非磁性金属薄膜でも良い。この場合、潤滑剤は金属と錯体をつくることのできる官能基を持っていることが必要となる。磁性媒体上に金属薄膜を形成する方法は蒸着、スパッタ蒸着、プラズマ蒸着等があるが、これらの方法に限定されるものでない。

【0012】具体的な接着促進層と潤滑剤の組み合わせの例は、磁気記録媒体上の接着促進層表面にアミン化合物を配向させ、その上に潤滑剤として末端カルボン酸型の潤滑剤を成膜した組み合わせがある。この様な組み合わせの場合、接着促進層の表面のアミノ基と末端カルボン酸型潤滑剤はカルボン酸アンモニウム塩をつくり結合する。この塩の結合力はアミノ基の解離度及び末端カルボン酸型潤滑剤の酸性度の強弱によって左右され、アミノ基の解離度及び末端カルボン酸型潤滑剤の酸性度が大きい方が結合力は大きくなる。このカルボン酸アンモニ

ウム塩の結合力は、温度を上げることによって減少し、さらに温度を上げ続けると最終的には塩結合は解消されカルボン酸とアミンは分離する。また、塩構成及び温度条件によっては温度を上げることによって塩結合が解消される前に分解反応が優先される場合がある。従って、熱作用によって吸脱着を繰り返す結合にするには、分解反応を発生させない条件を選定しなければ実現できない。

【0013】他の接着促進層の例は、磁気記録媒体上の接着促進層を非磁性金属から選ばれたAl, Ti, Cu等の各種真空蒸着膜があげられる。また、これらの酸化膜でも良く、その上に潤滑剤として末端カルボン酸型の潤滑剤を成膜する必要がある。この組み合わせの場合、金属と末端カルボン酸型潤滑剤は金属塩をつくり結合する。この塩の結合力もアミンの場合と同様に金属の解離度によって左右されることが考えられる。この金属塩の結合力は、アミンとカルボン酸の場合と同様に温度を上げることによって減少し、さらに温度を上げることによって塩結合は解消される。また、塩構成及び温度条件によっては塩結合が解消される前に分解反応が優先される場合がある。従って、熱作用によつては吸脱着を繰り返す結合にするには、分解反応を発生さない条件を選定しなければ実現できない。

【0014】接着促進層がアミンの場合、カルボン酸の分解を回避するためにはアミノ基の解離度を余り大きくしないことが必要であり、また、アミノ基の解離度が余り小さいと塩を構成しなくなる。その適正な範囲は解離定数(pKa)で4~8である。

【0015】一方、カルボン酸が分解を起こす危険性は末端カルボン酸型の潤滑剤側からも検出できる。アミンとカルボン酸で塩を作った状態で、カルボン酸に隣接するカーボンと結合しているフッ素の電子密度が高くなるとカルボン酸の分解反応が進行する。この電子密度は直接測定できないが、核磁気共鳴スペクトルの化学シフトでカルボン酸に隣接するカーボン(第1位の炭素)と結合しているフッ素の電子密度の大小を判断ができる。即ち、塩を形成しないときのカルボン酸に隣接するカーボンと結合しているフッ素の化学シフトに比べ、塩を作成したときの化学シフトが低磁場側に何ppmシフトするかを核磁気共鳴で測定し、シフト量が大きいほど電子密度が高いと判断する。この化学シフトの移動量が大きいものは分解反応が生じ易く、化学シフトの移動量が小さいものは分解反応が生じにくい。分解反応が生じにくい化学シフトの移動量の範囲は室温で2ppm以下、及び150℃で1ppm以下である。この化学シフトとカルボン酸の分解は、接着促進層が金属の場合でも同様である。

【0016】また上記カルボン酸塩の結合エネルギーは、大部分が5~20kcal/molであり、摺動熱を吸収して脱離することから、摺動面の冷却作用もある。

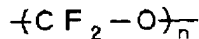
【0017】以上のように、接着促進層と潤滑剤の接着

7

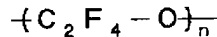
は塩を構成することで実現でき、摺動による熱を吸収して塩が解消される。ただし、分解反応が生じないように接着促進層と潤滑剤を選択する必要がある。

【0018】上記の方法で形成される磁気記録媒体では、潤滑膜は自己修復機能を持つため摺動耐久性に優れ、磁気記録媒体とヘッドの幾何学的平均面の最小間隔が空気の平均自由行程以下の磁気記録装置においても優れた潤滑効果を発揮するものと考えられる。

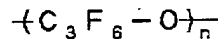
【0019】本発明に適用されるフッ素系アルキル型及びポリオキシアルキル型潤滑剤は部分的にフッ素化されたセミフルオロ型でも良い。フッ素系アルキル鎖は具体的にはダイキン工業(株)製; C-1800 (Perfluoronanoic acid)がある。含フッ素系ポリオキシアルキル鎖\*



【0021】



【0022】



【0023】nの数についても特に限定はしないが、nが3以上、好ましくは5以上であり、nが少なすぎると潤滑効果が不十分である。又、上記混合物の場合は、nは各構造毎に異なった値でも良い。

【0024】本発明の接着促進層の例は、アルコキシシラン基を末端に持った芳香族アミン類、あるいは大環状アザヌレン系誘導体等がある。アルコキシシラン基を末端に持った芳香族アミンでは、保護膜に脱水・脱アルコール反応で接着促進層が保護膜にしっかりと固定され、一方、分子中の芳香族アミン基はフッ素化合物と塩を作り、両者は結合し、接着促進層上にフッ素化合物の膜を構築する。

【0025】また、大環状アザヌレン系誘導体の例は、各種ポルフィリン、アザフタロシアニン化合物がある。これらは、分子の中央部の窒素リング部が電子供与性に富んでいるため、保護膜の電子受容性部と相互作用を持ち、両者は結合し、分子の外側にある窒素含有複素間はフッ素化合物と塩を作り、両者が結合する。

【0026】これの接着促進層は、いずれも加熱されることによって分解することなく、結合部が分離する。

【0027】本発明の磁気記録装置に適用される磁気記録媒体としては、一つの磁気記録媒体面に情報を記録および再生する磁気ヘッドが一つである場合、直径が3.5インチ以下であることが好ましい。これより大きい場合には、磁気ヘッド表面との最小間隔が空気分子の平均自由行程以下の70nm以下の磁気記録装置を形成し難いからである。一方、一つの磁気記録媒体面に多数の磁気ヘッドが対応している場合には媒体の直径は制限されないが、組立ての上で困難を伴う。

8

\*は直鎖状のものに限らず、分岐したものでも良く、片末端に官能基が付いているもの、両末端に官能基が付いているもののいずれも適用可能である。具体的には、デュボン社商品名Krytox, ダイキン社商品名Demnum, モンテフロース社商品名Fomblin等であり、これらの誘導体も含まれる。末端の官能基としては、水酸基やカルボキシル基、あるいはスルホン基がある。フッ素系ポリオキシアルキル型潤滑剤の分子骨格は下記式2~4までの一般式で示される分子骨格があげられるが、これらの単一化合物、又は混合物の何れを用いても良い。

【0020】

【化6】

… (式2)

※ ※ 【化7】

… (式3)

★ ★ 【化8】

… (式4)

【0028】磁気記録媒体の構成としては、非磁性支持体上に少なくとも磁性層を有し、該磁性層上、もしくは該磁性層上に保護膜を介して潤滑膜を形成したものが好ましい。また、非磁性支持体と磁性層との間に下地層を介した構成の磁気記録媒体についても適用可能である。非磁性支持体、磁性層、保護膜は何等限定されるものではなく、従来より知られているものが何でも使用できる。

30 【0029】

【作用】上記手段により、接着促進層と塩結合して磁気記録媒体上に存在する潤滑剤は、ヘッドとディスクの摺動によって発生する熱を吸収することで接着促進層から分離する。しかし、実際のディスク装置では瞬時に放熱され、この放熱によって塩結合を再度構築することができる。この作用によって、潤滑剤は接着促進層と脱離・接着を繰り返すことができる。

【0030】この結果、潤滑膜は自己修復機能を持ち磁気記録媒体は常に潤滑剤に覆われ、優れた摺動耐久性を持つようになる。即ち、本潤滑方式を採用した磁気記録装置において、摺動による潤滑剤の剥ぎ取り量と、潤滑剤の自己修復量は、それほど差はなく、優れた潤滑効果を発揮するものと考えられる。事実、潤滑が非常に困難な、磁気記録媒体とヘッドの幾何学的平均面の最小間隔が空気の平均自由行程以下の磁気記録装置においても、その効果は著しく、磁気記録媒体の摺動耐久性は良好である。

【0031】このように、本発明によれば磁気ヘッドと磁気記録媒体との耐摩耗性、耐久性、信頼性に優れた磁気記録媒体を備えた磁気記録装置を得ることができる。

50

【0032】

【実施例】

(実施例1) 以下、本発明の実施例を図1により説明する。図1は、p-アミノフェニルトリメトキシシラン(チッソ(株)製、A0724)を接着促進層として用い、末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤(ダイキン工業(株)製：デムナムSH-2)をフッ素系化合物として用いた場合の結合状態と分離状態をモデル的に図示したものである。符号1は末端にカルボン酸を持つフッ素化合物。符号2は接着促進層。符号3は保護膜を示す。

【0033】図1で示した結合及び分離状態を直接観察できないが、核磁気共鳴スペクトル分析(NMRスペクトル分析)により、結合状態と分離状態を確認することができる。すなわち、図2に示すようにフッ素の化学シフトを測定すると、結合状態(符号25)では、未結合状態(符号26)より $\Delta\sigma$ だけ低磁場側にシフトする。従って、 $\Delta\sigma=0$ の場合は両者は結合せず分離していることを示している。

【0034】接着促進層として用いるp-アミノフェニルトリメトキシシランと、末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤であるデムナムSHの場合の結合状態の $\Delta\sigma$ は、図3の符号5に示したように、室温で $\Delta\sigma=1.35$ 、150℃で $\Delta\sigma=0.65$ であり、200～220℃で $\Delta\sigma=0$ に到達する。即ち、200～220℃で接着促進層と、末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤は分離する。一方、末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤であるデムナムSHのカルボニル基が分解する温度と $\Delta\sigma$ の関係で見ると図3の斜線で示した関係が見られる。図3の符号4は分離よりも分解が優先される領域であり、それぞれ、20モル%(符号8)、50モル%(符号7)、100モル%(符号6)分解する領域である。従って、p-アミノフェニルトリメトキシシランの温度と $\Delta\sigma$ の関係は、室温で2.0ppm以下、150℃では1.5ppm以下であり、何れもカルボニル基の分解領域に達しておらず、従って、これらの結合・分離が熱作動によってのみ可逆的に進行することがわかる。

【0035】実際の磁気記録媒体上では図4に示すような吸・脱着を起こすと考えられる。すなわち、p-アミノフェニルトリメトキシシランを基板に反応固定した接着促進層(符号9)の上に末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤であるデムナムSHを結合させた潤滑剤(符号11)を形成し、その上をヘッド(符号10)が高速で摺動する時、符号12で示した摺動部で潤滑剤は摺動熱を吸収することによって接着促進層から脱離(符号13)し、摺動部から熱が放出され冷却されることによって潤滑剤は再度接着促進層と結合(符号14)する。

【0036】(実施例2) Ni-Pをメッキし、超平滑

処理した3.5インチ径のAl合金基板表面に、膜厚0.25 $\mu\text{m}$ のCr層を設け、その上に膜厚0.06 $\mu\text{m}$ のCo系磁性膜をスパッタ蒸着し、さらにその上に膜厚0.05 $\mu\text{m}$ のカーボン保護膜を形成したディスク(A)を準備する。次に、ディスク(A)をチッソ(株)製：p-アミノフェニルトリメトキシシランの0.01wt%溶液(溶剤：メタノール)中に10分間浸漬後、これをゆっくりと溶液から引き上げ、120℃-10分間焼成する。この様にしてカーボン表面にp-アミノフェニルトリメトキシシランを反応固定したディスク(A)をパーフルオロヘキサンを用いて洗浄したディスク(B)を準備する。次に、ディスク(B)をダイキン工業(株)製：末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤(デムナムSH-2)の0.05wt%溶液(溶剤：パーフルオロヘキサン)中に5分間浸漬後、これをゆっくりと溶液から引き上げ、パーフルオロヘキサンを用いて再度洗浄したディスク(C)を準備する。なお、p-アミノフェニルトリメトキシシランと末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤(デムナムSH-2)より形成される塩により $\Delta\sigma$ は室温で1.35ppm、150℃で0.65ppmであった。

【0037】上記プロセスで成膜したディスク(C)を用いた磁気記録装置を製作した。図5は本発明の磁気記録装置の位置構成例を示す概略図である。符号15はディスク(C)そのものであり、符号16は記録再生用の磁気ヘッド、符号17はアクチュエータ、符号18は記録再生及びコントロール用電気回路、符号19は駆動モータである。図5において、磁気ヘッドと駆動モータで6000rpmで回転される磁気ディスクとは、幾何学的平均面の最小間隔を70nm以下に設定した。ヘッドは、極微小荷重(20mg)ヘッドを用いた。

【0038】作製した磁気記録装置の摺動特性を評価するため、CSS評価(コンタクト・スタート・ストップ)を行い、摺動耐久性を評価した。即ち、0～6000rpmを18secで立ち上げ1sec保持後、18secで0rpmに落とす。その後1sec停止する。これを1サイクルとし、同一トラックで繰り返した。摺動耐久性の評価値としては、磁性塗膜がクラッシュするまでのサイクル数とした。CSS評価結果を表1に示した。

【0039】(実施例3) 実施例1と同様にしてディスク(A)を準備する。次に“日本化学会51年会講演予稿集 4D03(1985)岩島 聡”記載の合成法にもとづいて、テトラピリド-2, 3-ポルフィラジンを合成した。テトラピリド-2, 3-ポルフィラジンの0.01wt%溶液(溶剤：トルエン)中に10分間浸漬後、これをゆっくりと溶液から引き上げ乾燥する。この様にしてカーボン表面にテトラピリド-2, 3-ポルフィラジンを吸着したディスクをパーフルオロヘキサンを用いて洗浄してディスク(E)を準備する。次に、ディスク(E)をダイキン工業(株)製：末端カルボン酸

型ポリオキシアルキル型潤滑剤（デムナムSH-2）の0.05wt%溶液（溶剤：パーフルオロヘキサン）中に5分間浸漬後、これをゆっくりと溶液から引き上げ、再度パーフルオロヘキサンを用いて洗浄しディスク（F）を準備する。なお、テトラピリド-2，3-ボルフィラジンと末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤（デムナムSH-2）より形成される塩のNMRの $\Delta\sigma$ は室温で1.15ppm，150℃で0.60ppmであった。ディスク（F）の潤滑膜の構成は図6の構成である。

【0040】上記プロセスで成膜したディスク（F）を実施例2と同様にして磁気記録装置を製作した。作製した磁気記録装置の摺動特性を、CSS評価（コンタクト・スタート・ストップ）した。結果を表1に示した。

【0041】

【表1】

表 1

	CSS 評価試験
実施例 2	3 5 0 0 0
実施例 3	4 0 0 0 0 以上

【0042】（比較例1）比較例として、ディスク（A）に末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤（SH-2）の0.05wt%溶液（溶剤：パーフルオロヘキサン）を塗布したディスク（D）を用い、上記したCSS評価試験を行った。結果を表2に示した。

【0043】（比較例2）実施例2に記載したディスク（B）をDupont社製：末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤（クライトックス157FSM）の0.05wt%溶液（溶剤：パーフルオロヘキサン）中に5分間浸漬後、これをゆっくりと溶液から引き上げ、パーフルオロヘキサンを用いて再度洗浄したディスク（G）を準備する。なお、p-アミノフェニルトリメトキシシランと末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤（クライトックス157FSM）より形成される塩により $\Delta\sigma$ は室温で2.54ppm，150℃で1.45ppmであった。上記プロセスで成膜したディスク（G）を実施例1と同様にして磁気記録装置を製作した。作製した磁気記録装置の摺動特性を、CSS評価（コンタクト・スタート・ストップ）した。結果を表2に示した。

【0044】

【表2】

表 2

	CSS 評価試験
比較例 1	5 0
比較例 2	6 6 0 0

【0045】

【発明の効果】本発明は、比較例に比べ明らかなように、磁気記録媒体とヘッドの幾何学的平均面の最小間隔が平均自由行程以下の低浮上ヘッドを用いても、低摩擦係数でしかも耐久性の優れた磁気記録媒体を備えた磁気記録装置である。従って高記録密度で信頼性の高い磁気記録装置を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】p-アミノフェニルトリメトキシシランを接着促進層として用い、末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤をフッ素系化合物として用いた場合の結合状態と分離状態のモデル図。

【図2】末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤のフッ素のNMRスペクトル測定結果。

【図3】末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤の $\Delta\sigma$ の温度変化を示す図。

【図4】磁気記録媒体上での潤滑剤の吸脱着のモデル図。

【図5】磁気記録装置の構成例を示す概略図。

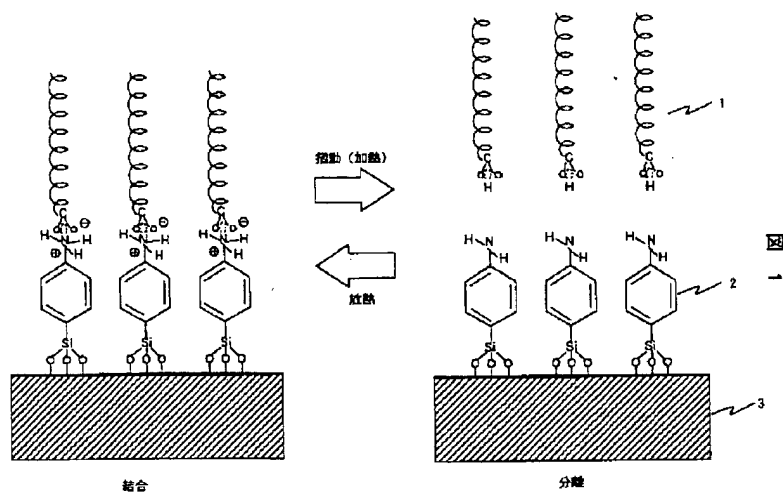
【図6】大環状アゾアヌレン系接着促進層と潤滑剤の吸着のモデル図。

【符号の説明】

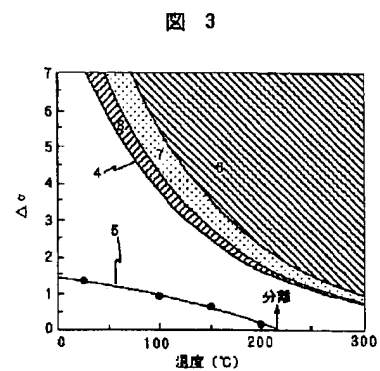
1…末端にカルボン酸を持つフッ素化合物、2…接着促進層、3…保護層、4…分離より分解が優先される領域、5…p-アミノフェニルトリメトキシシランと末端カルボン酸型ポリオキシアルキル型潤滑剤であるデムナムSHの結合状態の $\Delta\sigma$ の温度変化、9…接着促進層、10…ヘッド、11…潤滑剤、12…摺動部、13…接着促進層からの潤滑剤の脱離、14…潤滑剤の再結合、15…ディスク、16…磁気ヘッド、17…アクチュエータ、18…記録再生及びコントロール用電気回路、19…駆動モータ、20…保護膜、21…大環状アゾアヌレン系接着促進層、22…大環状アゾアヌレン系誘導体の中央部の窒素リング部、23…フッ素系潤滑剤のカルボン酸とアミノ基が塩結合した部分、24…フッ素系潤滑剤の含フッ素アルキル基又はポリオキシアルキル基、25…結合状態、26…未結合状態。



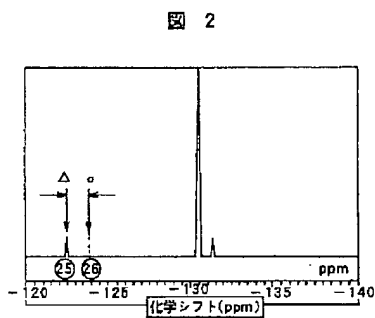
【図1】



【図3】

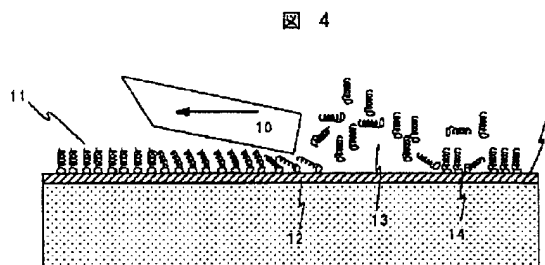


【図2】



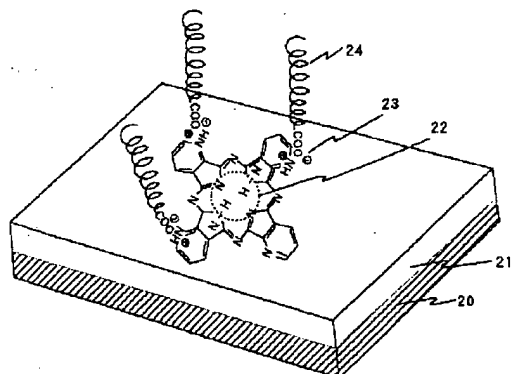
カルボン酸:  $F(CF_2-CF_2-CF_2-O)_n-CF_2-CF_2-COOH$  26  
 結合状態:  $F(CF_2-CF_2-CF_2-O)_n-CF_2-CF_2-COO^- NHR^+$  25

【図4】



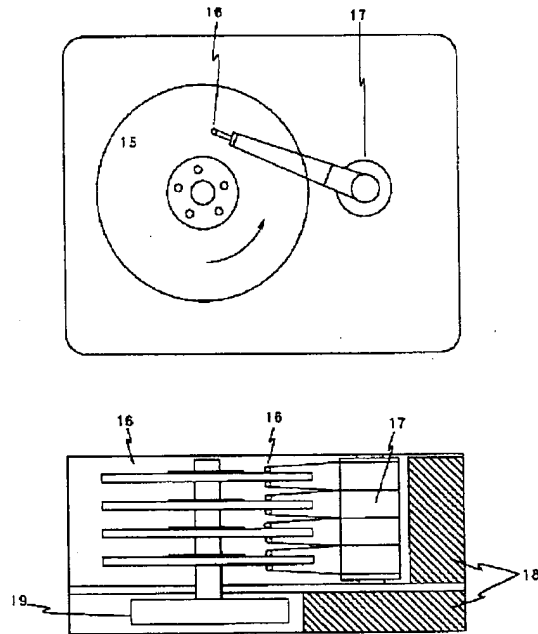
【図6】

図 6



【図 5】

図 5



フロントページの続き

(72)発明者 中川路 孝行  
 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株  
 式会社日立製作所日立研究所内  
 (72)発明者 師岡 寿至  
 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株  
 式会社日立製作所日立研究所内  
 (72)発明者 村上 祐子  
 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株  
 式会社日立製作所日立研究所内

(72)発明者 佐々木 洋  
 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株  
 式会社日立製作所日立研究所内  
 (72)発明者 浜田 智之  
 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株  
 式会社日立製作所日立研究所内  
 (72)発明者 石原 平吾  
 神奈川県小田原市国府津2880番地 株式会  
 社日立製作所ストレージシステム事業部内  
 (72)発明者 浜口 哲也  
 茨城県土浦市神立町502番地 株式会社日  
 立製作所機械研究所内